

XP-002239189

AN - 2001-326488 [34]

AP - RU20000102807 20000208

CPY - FERT-R

DC - C04

FS - CPI

IC - C05B7/00

IN - ALEKSEEV A I; BRODSKII A A; CHERNENKO YU D; FILATOV YU V; KHUVES YA EH;

NOROV A M; OVCHINNIKOVA K N; RAKCHEEVA L V; STERLIN V N; SUSHCHEV V S

MC - C05-B02A1 C05-C01 C05-C05 C05-C06 C12-M11D C14-T03

PA - (FERT-R) FERTILIZERS & INSECTOFUNGICIDES RES INST

PN - RU2164506 C1 20010327 DW200134 C05B7/00 000pp

PR - RU20000102807 20000208

XA - C2001-100204

XIC - C05B-007/00

AB - RU2164506 NOVELTY - Neutralization of ammonia with phosphoric and sulfuric acid first to $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molar ratio of 1.4 and then to 1.75, granulation, drying of products and purification of flue gases; in this case, sulfur cake with particle size of 0.15-0.25 mm is added in neutralization stage in amount of 0.5-3 wt % of weight of the resulting final product.

- USE - Agriculture.

- ADVANTAGE - More efficient preparation method. The resulting fertilizer comprises free sulfur that improves granulation conditions which promote increased strength of the resulting granules.

- (Dwg.0/0)

IW - METHOD PREPARATION PHOSPHATE USEFUL FERTILISER

IKW - METHOD PREPARATION PHOSPHATE USEFUL FERTILISER

INW - ALEKSEEV A I; BRODSKII A A; CHERNENKO YU D; FILATOV YU V; KHUVES YA EH;

NOROV A M; OVCHINNIKOVA K N; RAKCHEEVA L V; STERLIN V N; SUSHCHEV V S

NC - 001

OPD - 2000-02-08

ORD - 2001-03-27

PAW - (FERT-R) FERTILIZERS & INSECTOFUNGICIDES RES INST

TI - Method of preparing diammonium phosphate useful as a fertilizer

THIS PAGE BLANK (USPTO)



(19) RU⁽¹¹⁾ 2 164 506⁽¹³⁾ C1
(51) МПК⁷ C 05 B 7/00

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2000102807/12, 08.02.2000

(24) Дата начала действия патента: 08.02.2000

(43) Дата публикации заявки: 27.03.2001

(46) Дата публикации: 27.03.2001

(56) Ссылки: RU 2122989 C1, 10.12.1998. SU 947148
A, 30.07.1982. SU 1507759 A1, 15.09.1989. DE
1467393 A, 26.03.1970. GB 1147545 A,
11.04.1967.

(98) Адрес для переписки:
117919, Москва, Ленинский пр-т 55, ОАО
"НИИУФ", ОПЛИР, Васильевой В.Н.

(71) Заявитель:

Открытое акционерное общество
"Научно-исследовательский институт по
удобрениям и инсектофунгицидам им. проф.
Я.В. Самойлова"

(72) Изобретатель: Черненко Ю.Д.,

Хувес Я.Э., Овчинникова К.Н., Алексеев
А.И., Суцев В.С., Бродский А.А., Ракчеева
Л.В., Норов А.М., Стерлин В.Н., Филатов Ю.В.

(73) Патентообладатель:

Открытое акционерное общество
"Научно-исследовательский институт по
удобрениям и инсектофунгицидам им. проф.
Я.В. Самойлова"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИАММОНИЙФОСФАТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу
получения диаммонийфосфата, широко
используемого в качестве минерального
удобрения для различного вида почв. Способ
включает постадийную нейтрализацию
аммиака фосфорной и серной кислотами
сначала до мольного отношения
 $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$, а затем до 1,75,
грануляцию, сушку продукта и очистку

отходящих газов, при этом на стадию
нейтрализации добавляют серный кек с
размером частиц 0,15-0,25 мм в количестве
0,5-3 мас. % от веса получаемого готового
продукта. Серный кек вводят либо в
фосфорную кислоту, либо на любую стадию
нейтрализации. Полученное удобрение на
основе диаммонийфосфата содержит
свободную серу, улучшающую условия
гранулирования с повышением прочности
полученных гранул. 1 з.п. ф-лы.

RU 2 164 506 C1

RU 2 164 506 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 164 506** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl. ⁷ **C 05 B 7/00**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2000102807/12, 08.02.2000
(24) Effective date for property rights: 08.02.2000
(43) Application published: 27.03.2001
(46) Date of publication: 27.03.2001
(98) Mail address:
117919, Moskva, Leninskij pr-t 55, OAO
"NIUIF", OPLIR, Vasil'evoj V.N.

(71) Applicant:
Otkrytoe aktsionernoe obshchestvo
"Nauchno-issledovatel'skij institut po
udobrenijam i insektofungitsidam im. prof.
Ja.V. Samojlova"
(72) Inventor: Chernenko Ju.D.,
Khuves Ja.Eh., Ovchinnikova K.N., Alekseev
A.I., Sushchev V.S., Brodskij A.A., Rakcheeva
L.V., Norov A.M., Sterlin V.N., Filatov Ju.V.
(73) Proprietor:
Otkrytoe aktsionernoe obshchestvo
"Nauchno-issledovatel'skij institut po
udobrenijam i insektofungitsidam im. prof.
Ja.V. Samojlova"

(54) **METHOD OF PREPARING DIAMMONIUM PHOSPHATE**

(57) Abstract:
FIELD: agriculture. SUBSTANCE: method
comprises stage by stage neutralization of
ammonia with phosphoric and sulfuric acid
first to $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molar ratio of 1.4 and
then to 1.75, granulation, drying of
products and purification of flue gases; in
this case, sulfur cake with particle size of
0.15-0.25 mm is added in neutralization

stage in amount of 0.5-3 wt % of weight of
the resulting final product. Sulfur cake is
added either into phosphoric acid or to any
stage of neutralization. The resulting
fertilizer comprises free sulfur that
improves granulation conditions which
promote increased strength of the resulting
granules. EFFECT: more efficient preparation
method. 2 cl

RU 2 164 506 C1

RU 2 164 506 C1

Изобретение относится к способу получения диаммонийфосфата, широко используемого в качестве минерального удобрения для различного вида почв.

Известен способ получения диаммонийфосфата, включающий постадийную нейтрализацию аммиака фосфорной кислотой, гранулирование и сушку продукта и последующую очистку отходящих газов сначала фосфорной кислотой, а затем водой.

Недостатком известного способа является сложность проведения стадии гранулирования из-за заниженной вязкости подаваемой пульпы фосфатов аммония, что приводит к снижению товарной фракции продукта. (Технология фосфорных и комплексных удобрений. Химия, Москва, 1987, с. 194).

Наиболее близким к описываемому по технической сущности и достигаемому результату является другой известный способ получения диаммонийфосфата, включающий постадийную нейтрализацию фосфорной кислотой в присутствии серосодержащего компонента сначала до мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$, а затем до 1,75, грануляцию, сушку продукта и очистку отходящих газов. По этому способу в качестве серосодержащего компонента берут серную кислоту, которую предварительно добавляют в фосфорную до получения в смеси соотношения $\text{SO}_3:\text{P}_2\text{O}_5=1:9-15$ и полученной смесью нейтрализуют аммиак (Патент РФ N 2122989, C 05 B 7/00, 1998).

Недостатками известного способа являются недостаточно высокая прочность гранул, использование дефицитной серной кислоты.

Кроме того, известный способ не позволяет получать готовые удобрения, содержащие свободную серу, что является необходимым для целого ряда сельскохозяйственных культур.

Нами была поставлена задача расширения ассортимента удобрений на основе диаммонийфосфата с достаточно высокой прочностью гранул и при этом утилизировать неиспользуемые в настоящее время отходы производства.

Поставленная задача решена в способе получения диаммонийфосфата, включающем постадийную нейтрализацию аммиака фосфорной кислотой и серной кислотой сначала до мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$, а затем до 1,75, грануляцию, сушку продукта и очистку отходящих газов, тем, что на нейтрализацию добавляют серный кек с размером частиц 0,15-0,25 мм в количестве 0,5-3 мас.% от веса получаемого готового продукта.

Сущность способа заключается в следующем. На нейтрализацию аммиака наряду с фосфорной кислотой подают серный кек - отход сернокислотного производства из серы.

Серный кек содержит 60% свободной серы, гипс в виде ангидрида, алюмосиликат.

Серный кек вводится либо в фосфорную кислоту, либо на любую стадию нейтрализации аммиака.

Однако кек должен вводиться в виде частиц определенного размера, обусловленного необходимостью поддержания определенного состава пульпы фосфатов аммония, подаваемой на

гранулирование.

При введении частиц серного кека размером более 0,25 мм заметно ухудшаются условия гранулирования, а уменьшение размера этих частиц ниже 0,15 мм потребует излишних затрат на размол кека.

За счет наличия в составе кека гипса и алюмосиликатов при гранулировании образуются на поверхности гранул прочные солевые мостики, которые и позволяют получать более прочные гранулы. Прочность увеличивается на 2-5%.

Количество вводимого кека обусловлено с одной стороны необходимостью получить в готовом продукте в зависимости от марки удобрения 1-2% свободной серы, а, с другой стороны, степенью нейтрализации аммиака.

Предложенный способ проиллюстрирован в примерах.

Пример 1. 20 т/час H_3PO_4 с концентрацией 50% P_2O_5 смешивают в сборнике с 0,92 т H_2SO_4 концентрацией 92,5% и добавляют сюда 108 кг серного кека, размолотого до тонины 0,15 мм, что составляет 0,5% от веса готового продукта. Смесь перемешивают до равномерного распределения кека. Полученную смесь подают в трубчатый реактор, где нейтрализуют аммиаком до мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$. Полученную пульпу подают в аммонизатор-гранулятор, где доаммонизируют до мольного соотношения 1,75. Далее гранулированную шихту направляют в сушильный барабан и сушат до содержания влаги в продукте 1,2% H_2O . Гранулированный продукт поступает на классификацию. После классификации получают 21,65 т/час готового продукта состава 46,1% P_2O_5 и 18,2% N. Прочность гранул составляет 18,7 т/см². Выход фракции 2-4 мм составляет 85%.

Пример 2. 20 т/час H_3PO_4 концентрацией 50% смешивают в сборнике с 0,89 т/час серной кислоты концентрацией 92,5% H_2SO_4 . Полученную смесь подают в трубчатый реактор, где нейтрализуют до мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$. В полученную пульпу вводят 430 кг/час серного кека, что составляет 2% от веса готового продукта. Тонина помола кека составляет 0,2 мм. Смесь хорошо перемешивают до равномерного распределения кека в пульте и подают в аммонизатор-гранулятор, где происходит грануляция смеси и доаммонизация до мольного соотношения 1,75. Далее шихту направляют в сушильный барабан и сушат до влажности 1,2% H_2O . Гранулированный продукт поступает на классификацию. После классификации получают 21,65 т/час готового продукта серого цвета состава 46,15% P_2O_5 и 18,1% N. Прочность гранул 19,1 кг/см². Выход гранул фракции 2-4 мм составляет 88%.

Пример 3. 20 т/час H_3PO_4 концентрацией 50% P_2O_5 смешивают с 0,85 т/час серной кислоты концентрацией 92,5% H_2SO_4 . Полученную смесь подают в трубчатый реактор, где нейтрализуют до мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,4$. Полученную пульпу подают в аммонизатор-гранулятор, где доаммонизируют до мольного соотношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,7$. Одновременно в аммонизатор-гранулятор подают серный кек с

тониной помола 0,15 мм в количестве 110 кг/час, что составляет 0,5% от веса готового продукта. Полученные в аммонизаторе-грануляторе гранулы подают в сушильный барабан и сушат до влажности 1,2% H_2O . Гранулированный продукт поступает на классификацию. После классификации получают 21,65 т/час готового продукта темно-серого цвета состава 46,1% P_2O_5 и 18,1% N. Прочность гранул составляет 19,6 кг/см². Выход фракции 2-4 мм составляет 90%.

Формула изобретения:

1. Способ получения диаммонийфосфата, включающий постадийную нейтрализацию аммиака фосфорной и серной кислотами сначала до мольного отношения $NH_3 : H_3PO_4 = 1,4$, а затем до 1,75, грануляцию, сушку продукта и очистку отходящих газов, отличающийся тем, что на нейтрализацию добавляют серный кек с размером частиц 0,15 - 0,25 мм в количестве 0,5 - 3 мас.% от веса получаемого готового продукта.
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что кек вводят либо в фосфорную кислоту, либо на любую стадию нейтрализации.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-4-

RU 2164506 C1

RU 2164506 C1